



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

239263

(11)

(B1)

/22/ Přihlášeno 20 06 83
/21/ PV 4502-83

(51) Int. Cl.⁴

C 07 D 303/08

(40) Zveřejněno 15 05 85

(45) Vydáno 16 02 87

(75)

Autor vynálezu

ŠAULI VLADIMÍR ing.; SCHEJBAL IVO ing.; HENKE HEŘMAN ing.;
MUŽÍČEK PETR, ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Způsob výroby epichlorhydrinu

Účelem vynálezu byl způsob zpracování odpadu z rektifikace surového epichlorhydrinu při jeho výrobě.

Účelu bylo dosaženo způsobem výroby epichlorhydrinu podle vynálezu tak, že se destilační zbytek z rektifikace surového epichlorhydrinu rozdělí působením vodní páry za atmosférického tlaku na destilát a zbytek obsahující vodné a organické fáze, vodné fáze zbytku a destilátu se oddělí a přidají do dehydrochlorace výrobního procesu, zbylý destilát se rektifikací rozdělí na vodu, trichlorpropan a epichlorhydrin, který je dávkován do stupně výroby epichlorhydrinu, kde probíhá dehydrochlorace a/nebo do surového epichlorhydrinu.

Vynález se týká způsobu výroby epichlorhydrinu. Nejčastěji používaný průmyslový postup výroby epichlorhydrinu vychází z chlorace propénu, chlorhydrinace vzniklého 3-chlorpropénu, dehydrochlorace vzniklé směsi dichlorpropanolů a následné rektifikace surového epichlorhydrinu.

Při rektifikaci surového epichlorhydrinu se získá destilační zbytek, obsahující převážně vedlejší reakční produkty trichlorpropanu a tetrachlorpropyléter, nezreagované suroviny 1,2 až 1,3 dichlorpropan a výrobek epichlorhydrin, jehož obsah závisí na ostrosti dělení při rektifikaci.

Nevýhodou dosavadního způsobu výroby epichlorhydrinu je to, že odpad z rektifikace surového epichlorhydrinu obsahující cenné suroviny se nejen u nás ale i ve světě likviduje spalováním, neboť jeho rozdělení bylo dosud považováno za technicky obtížné a neekonomické.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby epichlorhydrinu chlorací propénu, chlorhydrinací vzniklého 3-chlorpropénu, dehydrochlorací vzniklé směsi dichlorpropanolů a následnou rektifikací surového epichlorhydrinu podle vynálezu tím, že se destilační zbytek z rektifikace surového epichlorhydrinu rozdělí působením vodní páry za atmosférického tlaku na destilát a zbytek, obsahující vodné a organické fáze, vodné fáze destilátu a zbytek se oddělí a přidají do dehydrochlorace výrobního procesu, zbylý destilát se rektifikací rozdělí na vodu, trichlorpropan a epichlorhydrin, který je dávkován do stupně výroby epichlorhydrinu, kde probíhá dehydrochlorace, a/nebo do surového epichlorhydrinu.

Výhody způsobu výroby epichlorhydrinu podle vynálezu spočívají ve využití odpadu a ve zvýšení výtěžnosti výroby epichlorhydrinu. Oddělenou směs, obsahující převážně trichlorpropan lze s výhodou dále využít jako surovinu do pyrolýzní chlorace při výrobě chlorovaných rozpouštědel, nebo přímo jako rozpouštědlo.

P ř í k l a d 1

Do rektifikační kolony 1 o 20 patrech byl na 5. patro kontinuálně uváděn destilační zbytek z destilace surového epichlorhydrinu o složení uvedeném v tabulce 1 rychlostí 0,5 kg/h. Zároveň s nástřikem destilačního zbytku byla do paty kolony přiváděna vodní pára v množství 2,0 kg/h a na 20. patro voda rychlostí 1,3 kg/h.

Kolona pracovala za atmosférického tlaku. Do kolony byla na 20. patro dále vrácena část organické fáze v množství 1,0 kg/h, získaná ze společného destilátu odcházejícího z kolony 1 a z kolony 2 rovněž o 20 patrech, která slouží na odvodnění a odstranění epichlorhydrinu z trichlorpropanu.

Destilační zbytek odcházející z paty kolony 1 byl kontinuálně dělen na vodnou a organickou fázi. Průměrný průtok vodné fáze byl 2,2 kg/h, průtok organické fáze byl 0,064 kg/h. Vodná fáze obsahovala 1,06 % hmot. dichlorhydrinu a byla dávkována do stupně dehydrochlorace výroby epichlorhydrinu, složení organické fáze destilátu byla kont. nastřikována do kolony 2 v množství 1,2 kg/h, kde byly z organické fáze odděleny epichlorhydrin a voda.

Z varáku kolony 2 odcházel odvodněný trichlorpropan obsahující pod 0,1 % hmot. epichlorhydrinu průměrnou rychlostí 0,407 kg/h. Vodná fáze destilátu kontinuálně oddělovaná od organické fáze neobsahovala dichlorhydrin, odtékala rychlostí 1,1 kg/h a obsahovala 0,55 % hmot. epichlorhydrinu a byla přidávána do surového epichlorhydrinu.

T a b u l k a 1

% hmot.	ECH	TCP	1,2 DCH	1,3 DCH	TCPE
složení nástřiku	1,21	86,44	4,66	0,84	6,85
složení org. fáze zbytku	-	39,62	3,93	2,52	53,93

P ř í k l a d 2

Do rektifikační kolony 1 o 31 patrech byl na 10. patro kontinuálně přiváděn destilační zbytek z destilace surového epichlorhydrinu průměrnou rychlostí 110 kg/h o složení uvedeném v tab. 2 za současného přívodu páry v množství 400 kg/h do pary kolony, vody na 31. patro o průtoku 200 kg/h a části organické fáze destilátu o průtoku 220 kg/h, získané kont. oddělováním od vodné fáze po kondenzaci par vystupující z kolony 1 byl kontinuálně dělen na vodnou a organickou fázi.

Průměrný průtok organické fáze patního produktu byl 13,93 kg/h o průměrném složení uvedeném v tabulce 2, průtok spojených vodných fází destilátu byl průměrně 600 kg/h a obsahoval průměrně 0,72 % hmot. dichlorhydrinů a 0,24 % epichlorhydrinu.

Zbývající část organické fáze destilátu o průměrném složení uvedeném v tabulce 2 byla jímána do vařáku kolony 2 o 20 patrech. Kolona 1 byla v provozu 126 hodin, za tuto dobu bylo získáno a uskladněno ve vařáku kolony 2 11 607 kg organické fáze destilátu z kolony 1.

Organická fáze z kolony 1 byla diskontinuální rektifikací na koloně 2 odvodněna a současně z ní byl oddělen epichlorhydrin. Bylo získáno 507 kg destilátu obsahujícího 310 kg trichlorpropanu, 91 kg epichlorhydrinu a 106 kg vody, který byl vrácen a přidán do surového epichlorhydrinu výroby epichlorhydrinu a 11 100 kg vařákového produktu o složení uvedeném v tab. 2, který obsahoval 0,0005 % hmot. vody a byl přidán jako surovina do nástřiku vysokotepeelné pyrolýzní chlorace propylenu.

T a b u l k a 2

složení % hmot.	ECH	TCP	1,2 DCH	1,3 DCH	TCPE
nástřik do kolony 1	1,93	83,91	3,83	1,07	8,43
org. fáze zbytku	-	25,85	4,67	2,89	66,59
org. fáze destilátu	0,81	99,15	0,03	0,01	-
vařákový prod. kol. 2	0,01	99,95	0,03	0,01	-

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby epichlorhydrinu chlorací propénu, chlorhydrinací vzniklého 3-chlorpropénu, dehydrochlorací vzniklé směsi dichlorpropanolů a následnou rektifikací surového epichlorhydrinu, vyznačený tím, že se destilační zbytek z rektifikace surového epichlorhydrinu rozdělí působením vodní páry za atmosférického tlaku na destilát a zbytek obsahující vodné a organické fáze, vodné fáze destilátu a zbytku se oddělí a přidají do dehydrochlorace výrobního procesu, zbylý destilát se rektifikací rozdělí na vodu, trichlorpropan a epichlorhydrin, který se dává do stupně výroby epichlorhydrinu, kde se provádí dehydrochlorace, a/nebo do surového epichlorhydrinu.